(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-271773

(43)公開日 平成6年(1994)9月27日

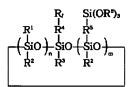
(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	FΙ				技術表示箇所
C 0 8 L 83/08	LRN	8319-4 J					
C 0 8 K 5/54	LRU	7242-4 J					
C 0 8 L 83/05							
83/12		8319-4 J					
C 0 9 D 183/08	PMS	8319-4 J					
		審査請求	未請求	請求項の数	1 FD	(全 10 頁)	最終頁に続く
(21)出願番号	特願平5-85733		(71)出	顧人 0000	02060		
				信越	化学工業	株式会社	
(22)出顧日	平成5年(1993)3	月19日		東京	都千代田	区大手町二丁	目6番1号
			(72)発	明者 木下	博文		
				群馬	県碓氷郡	松井田町大字	人見 1 番地10
				信越	化学工業	株式会社シリ	コーン電子材料
				技術	研究所内	Ī	
•			(72)発	明者 山口	浩		
				群馬	県碓氷郡	松井田町大字	人見 1 番地10
				信越	化学工業	株式会社シリ	コーン電子材料
				技術	研究所内	ľ	
			(74)代	理人 弁理	士 小島	隆司	
							最終頁に続く

(54)【発明の名称】 オルガノポリシロキサン組成物

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 接着性、密着性に優れた硬化物を与え、電気電子分野のパッキング用、シーリング用、コーティング用材料として好適なオルガノポリシロキサン組成物を得る。

【構成】 (A) 1分子中にSiに結合した脂肪族不飽和結合を有する一価炭化水素基を2個以上有し、Siに結合した一価パーフルオロアルキル基及び一価パーフルオロポリエーテル基から選ばれる基を1個以上有する直鎖状の含フッ素オルガノポリシロキサン、(B) 接着付与剤として次式の環状の含フッ素オルガノシロキサン、



(R'は脂肪族不飽和結合を有する一価炭化水素基、 R'、R'及びR'は脂肪族不飽和結合を有さない一価炭 化水素基、R'及びR'は脂肪族不飽和結合を有さない二 価炭化水素基、 R_r は一価パーフルオロポリエーテル基 又は一価パーフルオロアルキル基、 m_r nはn+m=3, $n \ge 1$, $m \ge 1$ を満たす数である。)(C) 1 分子中に S_r 1 に結合したHを2 個以上有するオルガノヒドロポリシロキサン、(D)白金族金属系触媒を配合。

【特許請求の範囲】

(A) 1分子中にケイ素原子に結合した 【請求項1】 脂肪族不飽和結合を有する一価炭化水素基を少なくとも 2個有し、かつ1分子中にケイ素原子に結合した一価パ ーフルオロアルキル基及び一価パーフルオロポリエーテャ

$$\begin{array}{cccc} & R_f & Si(OR^{\mathfrak{s}})_3 \\ R^1 & R^4 & R^5 \\ \hline - \left(\begin{array}{ccc} SiO \\ - \end{array}\right)_n SiO - \left(\begin{array}{ccc} SiO \\ - \end{array}\right)_m \\ R^2 & R^3 & R^2 \end{array}$$

(但し、式中R1は脂肪族不飽和結合を有する非置換又 は置換一価炭化水素基、R'、R'及びR'はそれぞれ同 一又は異種の脂肪族不飽和結合を有さない非置換又は置 換一価炭化水素基、R'及びR'はそれぞれ同一又は異種 の脂肪族不飽和結合を有さない非置換又は置換二価炭化 水素基であり、R。は一価パーフルオロポリエーテル基 又は一価パーフルオロアルキル基であり、m, nはn+ m=3, $n \ge 1$, $m \ge 1$ を満たす数である。)

- (C) 1分子中にケイ素原子に結合した水素原子を少な くとも2個有するオルガノヒドロポリシロキサン、
- (D) 白金族金属系触媒を配合してなることを特徴とす るオルガノポリシロキサン組成物。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、含フッ素シリコーンゴ ム本来の優れた特性を有する上、各種材料に対する接着 性及び密着性に優れた硬化物を与え、電気、電子分野の パッキング用、シーリング用及びコーティング用材料と して好適なオルガノポリシロキサン組成物に関する。

[0002]

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】従来、 含フッ素シリコーンゴムは、電気絶縁性、耐熱性、耐寒 性、耐候性などのシリコーンゴム由来の優れた特性に加 え、耐溶剤性、撥水性、撥油性、離型性などの表面特性 にも優れているが、その反面、各種基材に対する接着性 に劣るという欠点を有している。従って、表面特性等の 各種特性に優れ、かつ接着性の面でも満足し得る含フッ 素シリコーンゴムの開発が望まれる。

$$\begin{array}{c|cccc} R_{f} & Si(OR^{5})_{3} \\ R^{1} & R^{4} & R^{5} \\ \hline -\left(\begin{array}{c} SiO \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \end{array}\right)_{n} & SiO -\left(\begin{array}{c} SiO \\ \\ \\ \\ \\ \end{array}\right)_{m} \\ R^{2} & R^{3} & R^{2} \end{array}$$

(但し、式中R¹は脂肪族不飽和結合を有する非置換又 は置換一価炭化水素基、R'、R'及びR'はそれぞれ同 一又は異種の脂肪族不飽和結合を有さない非置換又は置 50 水素基であり、R,は一価パーフルオロボリエーテル基

*ル基から選ばれる基を少なくとも1個有する直鎖状の含 フッ素オルガノポリシロキサン、

(B)接着付与剤として下記一般式(1)で示される環 状の含フッ素オルガノシロキサン、

(化1)

... (1)

※【0003】本発明は上記事情に鑑みなされたもので、 含フッ素シリコーンゴム本来の優れた特性を有する上、 各種材料に対する接着性及び密着性にも優れた硬化物を 与えるオルガノポリシロキサン組成物を提供することを 目的とする。

[0004]

【課題を解決するための手段及び作用】本発明者は上記 20 目的を達成するため鋭意検討を重ねた結果、1分子中に ケイ素原子に結合した脂肪族不飽和結合を有する一価炭 化水素基を少なくとも2個有し、かつ1分子中にケイ素 原子に結合した一価パーフルオロアルキル基及び一価パ ーフルオロボリエーテル基から選ばれる基を少なくとも 1個有する直鎖状の含フッ素オルガノポリシロキサン と、下記一般式(1)で示される環状の含フッ素オルガ ノシロキサンと、1分子中にケイ素原子に結合した水素 原子を少なくとも2個有するオルガノヒドロポリシロキ サンと、白金族金属系触媒とを配合し、かつ好ましくは 前記オルガノヒドロポリシロキサンの量を組成物全体の 脂肪族不飽和基1モルに対し、SiH基が0.5~5モ ルとなる範囲とした場合、含フッ素シリコーンゴム本来 の優れた特性を有する上、式(1)の含フッ素オルガノ シロキサンが接着性付与剤として作用してガラス、アル ミニウム、鉄、エポキシ樹脂等の各種基材に対する接着 性に優れ、かつ溶剤膨潤性が良好で密着性にも優れたシ リコーンゴム硬化物を与えるオルガノポリシロキサン組 成物が得られることを知見し、本発明をなすに至った。 [0005]

【化2】

※40

... (1)

換一価炭化水素基、R'及びR'はそれぞれ同一又は異種 の脂肪族不飽和結合を有さない非置換又は置換二価炭化

又は一価パーフルオロアルキル基であり、m, n はn+m=3, $n \ge 1$, $m \ge 1$ を満たす数である。)

【0006】従って、本発明は、(A)1分子中にケイ素原子に結合した脂肪族不飽和結合を有する一価炭化水素基を少なくとも2個有し、かつ1分子中にケイ素原子に結合した一価パーフルオロアルキル基及び一価パーフルオロポリエーテル基から選ばれる基を少なくとも1個有する直鎖状の含フッ素オルガノポリシロキサン、

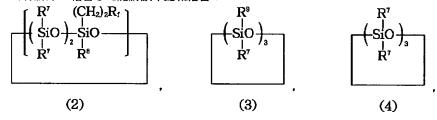
(B)上記一般式(1)で示される環状の含フッ素オルガノシロキサン、(C)1分子中にケイ素原子に結合し 10 た水素原子を少なくとも2個有するオルガノヒドロポリシロキサン、(D)白金族金属系触媒を配合してなることを特徴とするオルガノポリシロキサン組成物を提供する。

【0007】以下、本発明につき更に詳細に説明する と、本発明のオルガノポリシロキサン組成物の第1成分 は、1分子中にケイ素原子に結合した脂肪族不飽和結合* *を有する一価炭化水素基を少なくとも2個有し、かつ1 分子中に一価パーフルオロアルキル基及び一価パーフル オロポリエーテル基から選ばれる基を少なくとも1個有 する直鎖状の含フッ素オルガノポリシロキサンである。 【0008】上記直鎖状のアルケニル基含有含フッ素オ ルガノポリシロキサンとしては、例えば下記一般式

- (2) で示されるシクロトリシロキサン、下記一般式
- (3) で示されるシクロトリシロキサン又は下記一般式
- (4)で示されるシクロトリシロキサンを下記一般式
- (5)で示される化合物の共存下、酸又はアルカリ触媒を用いて共重合させるか、あるいは下記式(6)で示されるシラノレート触媒を用いて重合させることにより得ることができる下記一般式(7)で示される重合体が好適に使用できる。

[0009]

【化3】



$$CH_{2}=CHSiO + SiO + N$$

$$R' = R'$$

$$R' = SiO + N$$

$$R' = R'$$

$$R' = R'$$

$$R' = R'$$

$$R' = R'$$

(但し、式中R'、R'はそれぞれ脂肪族不飽和結合を有さない非置換又は置換一価炭化水素基、R'は脂肪族不飽和結合を有する一価炭化水素基、R,は一価パーフルオロアルキル基又は一価パーフルオロポリエーテル基である。)

【0010】上記式中R⁷、R⁸としては、例えばメチル 基、エチル基、イソプロビル基、ブチル基等のアルキル 基、シクロヘキシル基、シクロベンチル基等のシクロア ルキル基、フェニル基、トリル基、キシリル基等のアリ 50 ール基、ベンジル基、フェニルエチル基等のアラルキル

基、クロロメチル基、クロロプロピル基、クロロシクロへキシル基、3、3、3-トリフルオロプロピル基等のハロゲン化炭化水素基、2-シアノエチル基等のシアノ炭化水素基などが挙げられ、また、R⁹としては、例えばビニル基、アリル基、エチニル基等が挙げられる。 *

*【0011】更に、R,としては、下記の基が挙げられる。

[0012]

【化4】

※【化5】

 C_4F_8- , $C_6F_{13}-$, $C_8F_{17}-$, $C_{10}F_{21}-$, C_3F_7OCF- , $C_3F_7OCFCF_2OCF-$, C_5 CF_3 CF_3

[0013]また、上記式 (7) において、 $n=2\sim3$ 000, $m=1\sim1000$, $l=0\sim50$ の整数である。

【0014】なお、重合触媒として使用するアルカリ又は酸としては、具体的に水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等の水酸化アルカリ、リチウムシリコネート、ナトリウムシリコネート、カリウムシリコネート等のアルカリシリコネート、テトラブチルホスフィンハイドロキサイド、テトラメチルアンモニウムハイドロキサイド等の四級塩ハイドロキサイド、下記構造式の5配位ケイ素化合物、硫酸、トリフルオロメタンスルホン酸等のスルホン酸類などを例示することができる。【0015】

 $\begin{array}{ccc}
\operatorname{Bz} & \operatorname{Ph} \\
\operatorname{I} & \operatorname{I} & \operatorname{O} \\
\operatorname{Me}_{3}\operatorname{N}^{*}-\operatorname{Si} & \operatorname{O} & \operatorname{O}
\end{array}
\right)_{2}$

【0016】とのような方法で得られる上記式(7)の脂肪族不飽和結合を有する一価炭化水素基含有含フッ素オルガノポリシロキサンの粘度は、100~50,000csであることが好ましい。

ィンハイドロキサイド、テトラメチルアンモニウムハイ 20 【0017】次に、第2成分である含フッ素オルガノシ ドロキサイド等の四級塩ハイドロキサイド、下記構造式 ロキサンは、接着性付与剤として作用するもので、下記 の5配位ケイ素化合物、硫酸、トリフルオロメタンスル 一般式(1)で示されるものである。

[0018]

【化6】

... (1)

(但し、式中R¹は脂肪族不飽和結合を有する非置換又は置換一価炭化水素基、R²、R³及びR°はそれぞれ同一又は異種の脂肪族不飽和結合を有さない非置換又は置換一価炭化水素基、R⁴及びR³はそれぞれ同一又は異種の脂肪族不飽和結合を有さない非置換又は置換二価炭化水素基であり、R₁は一価パーフルオロボリエーテル基又は一価パーフルオロアルキル基であり、m, n は n + m = 3, n \ge 1, m \ge 1 を満たす数である。)

 C_4F_9- , $C_6F_{13}-$, $C_8F_{17}-$, $C_{10}F_{21}-$,

★ルキル基、フェニル基、トリル基、キシリル基等のアリール基、ベンジル基、フェニルエチル基等のアラルキル基、クロロメチル基、クロロブロビル基、クロロシクローキシル基、3,3,3-トリフルオロプロビル基等のハロゲン化炭化水素基、2-シアノエチル基等のシアノ炭化水素基などが挙げられる。R'、R'としては、例えばエチレン基、プロビレン基、ブチレン基等のアルキレン基、フェニレン基、トリレン基等のアリーレン基等のプロビレン基、ブチレン基等のアリーレン基等の名の二価炭化水素基が挙げられる。

【0020】また、R, としては、下記の基が例示される。

[0021]

【化7】

C₃F₇OCF−, C₂F₇OCFCF₂OCF−, CF₃ CF₃ CF₃

【0022】なお、上記式(1)の含フッ素オルガノシ ロキサンとしては、均一な硬化物を得るために第1成分 と相溶するものを使用することが望ましい。

【0023】上記第1成分の含フッ素オルガノポリシロ キサンと第2成分の含フッ素オルガノシロキサンとの配 合割合は、第1成分のオルガノポリシロキサン100部 (重量部、以下同じ)に対して0.01~30部、特に 0.05~15部とすることが好ましく、第2成分の配 合量が0.01部に満たないと接着力が不十分になる場* * 合があり、30部を超えると耐熱性、圧縮永久歪特性な どに劣る場合がある。

【0024】本発明の第3成分である1分子中にけい素 原子に結合した水素原子を少なくとも2個有するオルガ ノヒドロポリシロキサンは、架橋剤として作用するもの で、具体的に下記化合物が好適に使用される。

[0025]

【化8】

$$CH_{3} = \begin{pmatrix} CH_{3} \\ -I \\ SiO \end{pmatrix} \begin{pmatrix} (CH_{2})_{2}R_{1} \\ -I \\ SiO \end{pmatrix} \begin{pmatrix} CH_{3} \\ -I \\ SiO \end{pmatrix} \begin{pmatrix} CH_{3} \\ -I \\ SiO \end{pmatrix} \begin{pmatrix} CH_{3} \\ -I \\ -I \\ SiO \end{pmatrix} \begin{pmatrix} CH_{3} \\ -I \\ -I \\ -I \end{pmatrix}$$

 $(n \ge 0, m \ge 0, k > 0)$

$$R_{f}CH_{2}CH_{2}Si + \begin{pmatrix} CH_{3} \\ -OSi - H \\ -CH_{3} \end{pmatrix}, Si + \begin{pmatrix} CH_{3} \\ -OSi - H \\ -CH_{3} \end{pmatrix}$$

$$CH_{3} + \begin{pmatrix} CH_{3} \\ -CH_{3} \\ -CH_{3} \end{pmatrix}$$

$$CH_{3} + \begin{pmatrix} CH_{3} \\ -CH_{3} \\ -CH_{3} \\ -CH_{3} \end{pmatrix}$$

(CH₃)₂・HSiO₆3単位とSiO₂単位とからなる 共重合体(上記式中、R3, Raは前記と同様であり、n ≥0, m≥0, k>0である。)

【0026】上記第3成分のオルガノヒドロポリシロキ サンの配合量は、組成物中の脂肪族不飽和基1モルに対 30 して第3成分のオルガノヒドロポリシロキサン中のけい 素原子に結合した水素原子(≡SiH)を0.5~5モ ル、特に0.5~3モル与える量とすることが好まし い。第3成分の配合量が上記水素原子を0.5モル与え る量より少ないと硬化せずに液状の場合があり、5モル 与える量より多いと発泡したり、圧縮永久歪が悪化する

【0027】更に、本発明組成物に第4成分として配合 する白金族化合物は、硬化触媒として働くもので、例え テル、アルデヒド、エチレン等のオレフィン、ビニルシ ラン、ビニルシロキサンなどとのコンプレックス、アル ミナ、シリカ、アスベスト等の各種坦体に白金粉末を坦 持させたものなどが挙げられる。

【0028】第4成分の白金族化合物の添加量は、第1 成分100部に対して白金量として1~500ppm、 特に5~20ppmの範囲が好ましい。

【0029】また、本発明組成物には、任意成分として 煙霧質シリカ、沈降性シリカ、カーボン粉末、二酸化チ タン、酸化アルミニウム、石英粉末、タルク、セリサイ 50 【0033】

ト、ベントナイト等の補強剤、アスベスト、ガラス繊 維、有機繊維等の繊維質充填剤、ジフェニルシランジオ ール、低重合度の分子鎖末端水酸基封鎖ジメチルポリヒ ロキサン、ヘキサメチルジシラザン等の分散剤、酸化第 一鉄、酸化第二鉄、酸化セリウム、オクチル酸鉄等の耐 熱性向上剤、顔料などをシリコーンゴムに通常使用され ている各種添加剤を加えることもできる。なお、これら 任意成分の添加量は、本発明の効果を妨げない範囲で通 常量とすることができる。

【0030】本発明の組成物は、上記した第1~4成 分、更には任意成分の所定量を各種混合機を用いて均一 に混練することにより得ることができる。

【0031】とのようにした得られる本発明のオルガノ ポリシロキサン組成物は、常圧又は加圧下で100~2 ば白金黒、塩化白金酸、塩化白金酸とアルコール、エー 40 00℃で30秒~1時間加熱すると硬化し、各種特性に 優れたゴム弾性体を与える。また、各種被着材上で硬化 させると良好な接着性を示す。

[0032]

【発明の効果】本発明のオルガノポリシロキサン組成物 は、含フッ素シリコーンゴム本来の優れた特性を有する 上、各種基材に対して優れた接着性を有する硬化物を与 えるもので、電気、電子分野のパッキング用、シーリン グ用及びコーティング用材料として好適に使用すること ができる。

(8)

【実施例】以下、実施例及び比較例を示して本発明を具体的に説明するが、本発明は下記実施例に制限されるものではない。なお、各例中の部はいずれも重量部である。

9

【0034】 〔実施例1、比較例1〕 撹拌装置付1リットルのセパラブルフラスコに下記式(8) で示されるシ*

* クロトリシロキサン1000g(1. 458モル)及び 下記式(9)で示されるリチウムシラノレート11. 9 g(0. 0146モル)、テトラグライム1. 0gを入 れて窒素雰囲気下100℃で5時間反応させた。

[0035] [化9]

【0036】次に、これを降温し、50℃にて下記式 ※入し、2時間撹拌し、中和と末端シリル化を行った。 (10)の化合物2.6g(0.0219モル)、下記 【0037】 式(11)の化合物6.1g(0.0328モル)を投※20 【化10】

$$CH_3$$
 $(CH_2=CHSi)_T$ NH
 (11)
 CH_3

【0038】その後、濾過、ストリップを行ったとと ★【0039】 ろ、下記式(12)で示される粘度3570csの重合 30 【化11】 物938gを得た。 ★

n = 100

【0040】得られた式(12)の重合物100部、比表面積300m²/gの煙霧質シリカ15部を150℃/3時間ニーダーで混練した。

【0041】更に、下記式(13)で示される化合物1.8g、カーボンブラック0.2g、塩化白金酸の[【CH₁=CHSi(CH₁)₂]₂-O]変性触媒のト

ルエン溶液(白金濃度1.0%)0.1g及びエチニル40 シクロヘキサノール50%トルエン溶液0.4g及び接着助剤として下記式(14)の化合物1.0gを加えて混合し、組成物 I を得た。

[0042] [化12]

$$\begin{array}{cccc} & & & & & & \\ & & CH_3 & H & & CH_3 \\ R'CH_2CH_2SiO & & & & \\ CH_3 & CH_3 & & & CH_3 \end{array}$$

(13)

12

$$\begin{array}{c|c} CH=CH_2 & CH_2CH_2R_f & CH_2CH_2Si(OCH_3)_3 \\ \hline -\left(\begin{array}{cccc} SiO \\ \end{array}\right)_2 & SiO \\ CH_3 & CH_3 & CH_4 \end{array}$$

(14)

$[R_1: F(CFCF_2O)_2CF_2CF_2]$

【0043】また、上記接着助剤を添加しない以外は組 成物 I と同様にして組成物 I I を得た。

【0044】得られた組成物Ⅰ、ⅠⅠを温度150℃、 圧力100kg/cm'の条件下15分間プレスして厚 さ2mmのシートを作成した後、更に150℃で1時間 加熱処理し、この加熱処理後のシートをJIS K63 20 [0046]

*が得られた。

【0045】更に、図1に示すような剪断接着力試験用 サンプルを作成し、ガラス、アルミ、鉄、エポキシに対 する剪断接着力を測定したところ、表2に示すような結 果が得られた。

01に準じてゴム物性を調べたところ、表1に示す結果* 【表1】

					実	施	例	1	比	較	例	1
					組	成	物	I	組	成	物	П
硬			ż	(JIS — A)			27			:	25	
伸			Œ	(%)		30	00			3	20	
引	張	验	ਝ	(kgf/cm²)		;	33			į	31	

[0047]

※30※【表2】

			実	施	例	1	比	較	例	1
被	着	体	組	成	物	I	組	成	物	П
			0			2	0			2
Ħ	ラ	ス	19.0)		100	8.2	:		10
アル	· ミ ニ	ウム	16.	5 .	:	100	7.2	:		0
	鉄		20.9	5	;	100	6.5	;		0
エポ	キシ	樹脂	18.3	3		100	9.0)		0

①剪斯接着力(kgf/cm²) ②凝集破壞率 (%)

表1,2の結果より、本発明組成物からなるシートは、 良好なゴム物性を有する上、各種被着体に対して優れた 接着性を有することがわかった。

【0048】次に、上記組成物 I のシートの表3に示す 溶剤に対する溶剤膨潤性を体積変化率及び重量変化率 (20℃で72時間浸漬後の体積及び重量を初期の体 積、重量で割って算出)を測定することにより評価し

た。なお、比較のため、信越化学工業(株)製ジメチル シリコーンゴムKE951及びフルオロシリコーンゴム FE251 (トリフルオロプロピルメチルシロキサンゴ ムタイプ)の溶剤膨潤性も同様に評価した。結果を表3 に示す。

[0049]

【表3】

		実施例 l	比 •	交 品
溶	剤	組成物 I	KE951	FE251
	体積変化率 (%)	21	26	126
アセトン	重量変化率 (%)	12	21	71
354 356 1	体積変化率 (%)	32	143	120
酢酸エチル	重量変化率(%)	23	134	76
トルエン	体積変化率 (%)	30	270	18
r 10 1 1	重量変化率 (%)	18	217	11
mble	体積変化率 (%)	30	346	17
四塩化炭素	重量変化率(%)	33	416	16
ヘキサン	体積変化率 (%)	19	186	10
ヘキサン	重量変化率(%)	9	119	2

表3の結果より、本発明組成物からなるシートは、溶剤 膨潤性が良好であることがわかった。

*ート7.5g(0.0153モル)、テトラグライム 20 1.0gを入れて窒素雰囲気下100℃で5時間反応さ

【0050】 (実施例2、比較例2) 撹拌装置付1リットルのセパラブルフラスコに下記式(15) で示されるシクロトリシロキサン1000g(1.529モル)及び下記平均分子式(16)で示されるリチウムシラノレ*

【0051】 【化13】

せた。

(15)

$$\begin{array}{ccc}
CH_3 & CH_3 \\
CH_2 = CHSi & OSi & OLi \\
CH_3 & CH_3
\end{array}$$
(1 6)

【0052】次に、これを降温し、50℃にて下記式

※し、2時間撹拌し、中和とシリル化を行った。

(17)の化合物2.8g(0.023モル)、下記式

[0053]

(18)の化合物6.4g(0.035モル)を投入 ※

【化14】

$$CH_3$$
 $CH_2=CH_2SiC\ell$
 CH_3
(17)

$$\begin{pmatrix}
\text{CH}_3 \\
\text{CH}_2 = \text{CHS}_1 \\
\text{CH}_3
\end{pmatrix}_2 \text{NH}$$
(18)

【0054】その後、濾過、ストリップを行ったところ、下記式(19)で示される粘度10510csの重合物911gを得た。

[0055]

【化15】

n = 100

【0056】得られた重合物100部、比表面積300 m¹/gの煙霧質シリカ15部を150℃/3時間ニー ダーで混練した。

*ニルシクロヘキサノール50%トルエン溶液0.4g及 び接着助剤として下記式(21)の化合物1.0gを加 えて混合し、組成物 I I I を得た。

【0057】更に、下記式(20)で示される化合物

[0058]

0.58g、カーボンブラック0.2g、塩化白金酸の 10 【化16】

アルコール溶液(白金濃度0.5%)0.2g及びエチ*

$$(CH_s)_sSiO + SiO + Si$$

$$\begin{array}{c|c} CH=CH_2 CH_2 CH_2 R_f CH_2 CH_2 Si(OCH_3)_3 \\ \hline \begin{pmatrix} SiO \\ \end{pmatrix}_2 & SiO \\ CH_3 & CH_3 & CH_3 \end{pmatrix}$$

$$(2 1)$$

 $(R_1: C_6F_{17})$

[0061]

【0059】また、上記接着助剤を添加しない以外は組 成物「「」と同様にして組成物「Vを得た。

※得られた。また、溶剤膨潤性の評価結果は表6に示すと おりであった。

【0060】得られた組成物 III、IVを用いて実施 例1と同様にしてシート及び剪断接着力試験用サンプル

【表4】

を作成し、物性を調べたととろ、表4,5に示す結果が※

					実 施 例 2	比 較 例 2
					組成物皿	組成物IV
硬			à	(JIS – A)	30	29
伸			Œ	(%)	350	370
引	張	強	ž	(kgf/cm²)	38	39

[0062]

★ ★【表5】

			実	施	例	2	此	i	胶	例	2
被	着	体	組	成	物	Ш	粗	Ę	戍	物	IV
			0			2	(D			2
Ħ	ラ	ス	17.3	2	1	100	7	.3			0
アル	/ ミニ	ウム	16.9	9	1	100	6	.2			0
ļ	鉄		18.:	3	1	100	5	.9			0
エポ	キシ	樹脂	17.9	5	1	100	9	.2			10

①剪断接着力(kgf/cm²) ②凝集破壞率 (%)

[0063] 【表6】

溶	剤	組成物I
アセトン	体積変化率 (%)	16
, , ,	重量変化率 (%)	8
新新工工 1.	体積変化率(%)	25
酢酸エチル	重量変化率 (%)	14
トルエン	体積変化率 (%)	23
	重量変化率(%)	12
四塩化炭素	体積変化率 (%)	25
四垭化灰条	重量変化率(%)	23
ヘキサン	体禮変化率 (%)	16
\ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \	重量変化率(%)	8

*【図面の簡単な説明】

【図1】 実施例で使用した剪断接着力試験用サンプルの概略図である。

18

【符号の説明】

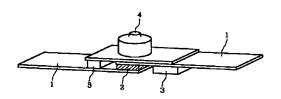
- 1 被着材
- 2 シール材
- 3 スペーサー
- 4 重錘

10

. . .

*

[図1]



フロントページの続き

(51)Int.Cl.³

識別記号 庁内

庁内整理番号

C 0 9 J 183/08

JGF

8319-4J

FΙ

技術表示箇所

(72)発明者 松田 髙至

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコーン電子材料

技術研究所内

(72)発明者 福田 健一

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコーン電子材料

技術研究所内

(72)発明者 小林 延幸

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコーン電子材料

技術研究所内

(72)発明者 佐藤 伸一

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコーン電子材料

技術研究所内

(72)発明者 木南 齊

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコーン電子材料

技術研究所内